

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-170224

(43) 公開日 平成8年(1996)7月2日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
D 0 1 F	8/02			
D 0 1 D	5/36			
// D 0 1 D	5/06	Z		
D 0 1 F	1/06			

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平6-316283

(22) 出願日 平成6年(1994)12月20日

(71) 出願人 000001085

株式会社クラレ

岡山県倉敷市酒津1621番地

(72) 発明者 大森 昭夫

倉敷市酒津1621番地 株式会社クラレ内

(72) 発明者 山口 新司

倉敷市酒津1621番地 株式会社クラレ内

(72) 発明者 佐野 友之

倉敷市酒津1621番地 株式会社クラレ内

(72) 発明者 小林 悟

倉敷市酒津1621番地 株式会社クラレ内

Kurare, Ltd.

(54) 【発明の名称】 分散染料に可染性の有機溶剤系セルロース繊維及びその製法

(57) 【要約】

【目的】 繊維強度の大幅な低下をきたすことなく、各種染色堅牢度に優れ、かつ、地球や人に優しい公害のない製法で、分散染料で染色することのできる有機溶剤系セルロース繊維を提供することである。

【構成】 海成分がセルロース系ポリマー、島成分が分散染料に染色可能なポリマーよりなる有機溶剤系海島型セルロース系繊維であって、島成分を2～45%含有し、かつ島成分の大きさが0.01～3μmであって、洗濯に対する染色堅牢度が3級以上である有機溶剤系セルロース繊維。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 海成分がセルロース系ポリマー、島成分が分散染料により染色可能なポリマーよりなる有機溶剤系海島型セルロース系繊維であって、セルロース/分散染料可染ポリマーの重量比が98/2~55/45であり、島成分の大きさが0.01~3 $\mu$ mであって、洗濯に対する染色堅牢度が3級以上であることを特徴とする有機溶剤系セルロース繊維。

【請求項2】 繊維重量1gに対して0.1mg以上の分散染料を染着する能力を有する請求項1に記載の有機溶剤系セルロース繊維。

【請求項3】 湿潤強度が0.6g/d以上である請求項1または2に記載の有機溶剤系セルロース繊維。

【請求項4】 セルロースと分散染料可染ポリマーとを重量比で98/2~55~45の割合で溶解分散した有機溶剤溶液を、エアギャップ長0.5~10cm、紡糸ドラフト3~30倍、紡糸原液に用いた有機溶剤と水の重量割合が10/90~60/40である水系凝固浴に乾湿式紡糸することを特徴とする有機溶剤系セルロース繊維の製法。

【請求項5】 請求項1、2または3のいずれか1項に記載の繊維を含む繊維製品。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、分散染料により染色可能な有機溶剤系セルロース繊維に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、セルロース繊維は、直接染料、反応染料、スレン染料で染色されてきた。しかしながら、直接染料は色によって染色堅牢度に難があり、反応染料による染色においては良好な染色堅牢度が得られるが、染料が高価であること及びアルカリの存在と高いPH及び高温下での長時間染色であるため生産性に問題があった。また、スレン染料は、高価であること及び色の限定が大きく汎用性に欠けるという欠点があった。

【0003】また、セルロース繊維の染色性改良の研究、例えば、カチオン化やアニオン化の歴史は古いが、かかる手段では染色堅牢度が満足できず、しかも、ビスコースへの種々化合物の添加による繊維強度の低下が大きいので実用性に欠け工業化されていないのが現状である。

【0004】このように、従来からセルロース繊維の染色性改良のために種々の試みがなされてきたが、染色堅牢性や繊維物性まで踏み込んで評価したときに、十分満足できる結果は得られていなかった。さらに、本発明のようにセルロース繊維を実用性のあるものとして分散染料に可染とする発想や試みは従来全く存在していなかった。

【0005】さらに、セルロース繊維の紡糸原液に各種

するために予め着色された有機微粒子を紡糸原液に添加して紡糸する方法も知られているが、予め着色しなければならぬという繁雑さと均一着色すること自体が容易でなく、しかも無機顔料にしる有機顔料にしる色が限られ汎用性にも乏しいので、例えば、ポリエステル繊維などの合成繊維との混用物において両繊維を同色に色合わせしようとしても殆ど不可能である。

【0006】また、最近、セルロースをN-メチルモルホリン-N-オキサイド(以後N-MMOと略記する)などの有機溶剤に溶解し、紡糸して得られる有機溶剤系セルロース繊維は、二硫化炭素やアンモニアなどの健康上問題のある低沸点薬剤を使用せず、人や地球に優しく、かつ4g/dr以上の高強度、特に湿潤強度が高く、注目されているが、その高配向性、高結晶性のため、通常の再生セルロース繊維より染色され難い欠点があった。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、セルロース繊維に適用されてきた従来の染色方法によって染色可能であることは勿論のこと、従来の染色方法における種々の問題点を解消し、繊維強度の大幅な低下をきたすことなく、しかも各種染色堅牢度に優れた分散染料で染色可能な有機溶剤系セルロース繊維を安価に生産性よく提供することを目的とするものである。また、ポリエステル繊維などの合成繊維と混用した場合に、同一染浴で分散染料のみで両繊維を一挙に染色することができ、所望に応じた同色性を有する繊維製品を製造するのに適した有機溶剤系セルロース繊維を提供することである。

【0008】即ち、本発明は、海成分がセルロース系ポリマー、島成分が分散染料により染色可能なポリマーよりなる有機溶剤系海島型セルロース繊維であって、セルロース/分散染料可染ポリマーの重量比が98/2~55/45であり、島成分の大きさが0.01~3 $\mu$ mであって、洗濯に対する染色堅牢度が3級以上であることを特徴とする有機溶剤系セルロース繊維であり、好ましくは繊維重量1gに対して0.1mg以上の分散染料を染着する能力も有する有機溶剤系セルロース繊維とその繊維製品であり、さらに好ましくは0.6g/d以上の湿潤強度をも有する有機溶剤系セルロース繊維とその繊維製品である。

【0009】さらに、本発明は、セルロースと分散染料可染ポリマーとを98/2~55/45の割合で溶解分散した有機溶剤溶液を、エアギャップ長0.5~10cm、紡糸ドラフト3~30倍で該有機溶剤を10~60%含有する水系凝固浴に乾湿式紡糸することを特徴とする有機溶剤系セルロース繊維の製法である。

【0010】なお、本発明において有機溶剤系セルロース繊維とは、N-MMO、酸化窒素/ジメチルホルムアミド、硫化リチウム/ジメチルアセタミドなどの有機溶

紡糸原液として使用し、得られる繊維を意味する。また、繊維製品とは、当該有機溶剤系セルロース繊維100%から構成される綿、糸、紐、織物、編物、不織布及びこれらを使用した衣類、リビング資材類、産業資材類、雑貨・日用品類は勿論のこと、当該有機溶剤系セルロース繊維を少なくとも一部に使用したこれら繊維製品を対象とするものである。

【0011】本発明の有機溶剤系セルロース繊維には、島成分として分散染料により染色が可能であるポリマーが2~45重量%含有されていることが重要である。分散染料により染色可能なポリマー（以下単に原体と略記することがある。）としては、ナイロン6、ナイロン66等のポリアミド、ポリエチレンテレフタレート、スルホン酸変性ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリメチルメタクリレート、メチルメタクリレート（以下MMAと略記）-メタアクリル酸共重合体、MMA-メタアクリル酸-スチレン共重合体等のMMA系ポリマー、スチレン-アクリル酸系共重合体等のスチレン系ポリマー、アクリロニトリル-スチレン共重合体等のアクリル系ポリマー、ポリジメチルシロキサン、メチルシリコーンゴム等のシリコーン系ポリマー、各種のウレタン系ポリマーなどがあげられ、これらポリマーが紡糸原液の有機溶剤に可溶である場合はセルロースと混合溶解して用い、有機溶剤に不溶の場合は、ポリマーを0.02~2 $\mu$ mの微粒子として取り出せるようエマルジョン重合あるいは分散重合するが、取り出したポリマーを微粉砕して用いる。本発明の島成分には、これらポリマー微粉末がセルロース中に分散している場合も包含する。これらのポリマーの中でポリエステル系ポリマー、MMA系ポリマー、アクリル系ポリマーが原体の分散染料に対する染色性及び染色堅牢度の点から好ましく使用される。

【0012】また、本発明の有機溶剤系セルロース繊維をポリエステル繊維などの合成繊維と混用する場合は、染色後における同色性を考慮して原体としてポリエステル系ポリマーが好ましく使用される。本発明の如く有機溶剤を用いる場合は、ビスコースレーヨンの如く濃アルカリと接触しないのでポリエステルが加水分解されず特に好ましい。

【0013】このように、原体としては、基本的に染色性および染色堅牢性の良好なものを使用することが好ましいが、本発明においては、これら原体が有機溶剤系セルロースに包埋された状態で繊維内に分散しているためか、原体自体の染色堅牢度がそれほど良好でなくても繊維としては原体の持つ染色堅牢性よりも良好な染色堅牢度を示すことが多い。

【0014】本発明において島成分として使用される原体のサイズは、0.01~3 $\mu$ mである。0.01 $\mu$ m未満の場合は、製糸性の低下や繊維の物性低下は少ない

成する重合体の種類によってはドライクリーニング等の有機溶剤処理により流出しやすくなるという問題が生じやすいので、好ましい下限値は0.05 $\mu$ m、特に0.1 $\mu$ mである。一方、3 $\mu$ mを越えると、毛羽の発生が著しいなど安定した製糸ができず、しかも得られる繊維の強伸度が低くタフネスの低下が著しい場合がある。また、繊維物性を特に重視する場合は、島成分の大きさの上限値は好ましくは2.5 $\mu$ m、さらに好ましくは2.0 $\mu$ m、特に好ましくは1.5 $\mu$ mの上限値が好ましい。

【0015】原体が紡糸原液の有機溶剤に不溶である場合は、例えば、公知の粉砕機を用いて重合体チップや粉末を凍結粉砕して微細粉末にする物理的細粒化方法や、重合性モノマーから、その重合過程で粒子形成を行う方法及び微小液滴化した重合体溶液から、粒子形成を行う方法など重合技術によって原体を製造することができる。使用される粒子の平均粒径オーダーによって、細粒化の手段を選択すればよいが、実際は、重合体の種類によってはミクロンからサブミクロンオーダーの粉砕が極めて困難な場合があったり、重合手法でも製造できないものもある。重合手法による場合の例を挙げると、0.05~1 $\mu$ m程度の粒径の微粒子を得るためには乳化重合法やソープフリー乳化重合法、シード乳化重合法が好ましく採用され、1~3 $\mu$ mでは、シード乳化重合法、二段階膨潤法、分散重合法などが好適である。さらに、これら重合体は中実微粒子であっても中空微粒子であってもよく、中空微粒子を使用すると高い隠蔽性や、繊維の軽量化を同時に実現することが可能である。

【0016】原体が紡糸原液の有機溶剤に可溶である場合には、セルロースと混合溶解すると、分散染料に親和性があるポリマーであるため、セルロースとは相溶性が低く相分離し、セルロースの組成比が大きいため、セルロースが海成分、原体が島成分となる。原体とセルロースの相溶性、温度や攪拌剪断速度などを調整することにより、島成分が0.01~3 $\mu$ mとなるよう制御することが重要である。

【0017】本発明の有機溶剤系セルロース繊維には、かかる原体が2~45重量%含有されていることが必要である。2重量%未満の場合は染着量が十分に確保できないので淡染物さえ得られなくなる。また、45重量%を越えると製糸時に毛羽が発生しやすく繊維物性の低下も著しい。繊維の物性と淡染のみでなく濃染も保証できる染着量とのバランスから、好ましい含有率の下限は8重量%であり、上限は40重量%である。また、かかる含有率の範囲内であれば、原体の種類は1種類だけでなく2種類以上の異なるポリマーを混用してもよい。

【0018】さらに、本発明の有機溶剤系セルロース繊維は、原体の含有率が増えるにつれて原体の一部が繊維の表面に突出したり、突出した原体が脱落してクレータ

5.

ような構造になるため、通常のレーヨンのような艶のある光沢が抑えられる点に特徴がある。したがって、通常のレーヨンの艶を保持したまま分散染料に染色可能とする場合は、意識的に繊維表面に原体が存在しないような紡糸方法を採用することが適当であり、例えば、芯鞘型複合繊維の製造技術に基づき、芯成分に原体を含むセルロースを用い、鞘成分に原体を含まないセルロースを用いて複合紡糸することで達成できる。但し、その場合は、上記のように原体の含有率を低めにしておかないと繊維物性の低下を来す場合がある。また、芯鞘構造とせず10に原体径の極めて小さいものを使用することでレーヨン独特の艶を保持することができる場合もある。さらに、本発明においては、意識的に鞘成分にのみに原体を添加して紡糸したり、所望に応じてサイドバイサイド型のような複合形態として繊維化することも可能である。

【0019】このような原体を配合した本発明の有機溶剤系セルロース繊維は、分散染料に対する染色挙動が通常のポリエステル繊維と類似し、良好な染料吸尽性を示すものであり、濃色染めにする淡色染めにするかなど染色条件により、染料の吸尽量を適宜設定することができるが、本発明の有機溶剤系セルロース繊維は繊維重量1gに対して好ましくは0.1mg以上、さらに好ましくは1mg以上、特に好ましくは4mg以上の分散染料を20染着する能力を有している。この染着量が0.1mg/g未満では、淡色といえども十分な発色性が得られないので採用しないほうがよい。染着量の上限は、使用する染料による要因も大きいので臨界的な格別な意味を持たないが、濃色染めにおいて効率的な染料の使用量から考えて200mg/g以下であることが望ましい。なお、染着量の測定方法は、染色後のものと染色前のものとで30測定法が相違しており、例えば、単一染料で染色されている製品については、一定重量の繊維について57%ピリジン水溶液によりソックスレー抽出を行い、必要に応じてその抽出液について両繊維とも同じ希釈度で57%ピリジン水溶液で希釈調整し、その調整液について下記\*

#### <染色条件>

染料; Sumikaron Brill Red SE-2BF (住友化学製) 3% o/w f

助剤; ディスパー-TL 1g/l

ウルトラMTレベル 1g/l

浴比; 1:50

染色温度・時間; 120℃×40分(40℃から120℃まで30分で昇温し、120℃で40分キープ)

還元洗浄; NaOH 1g/l、Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 1g/l、アミラジン(第一工業製薬社製) 1g/l、80℃×20分

水洗; 30分

乾燥; 60℃×10分

尚、本発明における分散染料染着率とは、基準染色条件で染色したときの下記に示す方法で求められる値である。

6

\*の測定装置である分光光度計[日立307型カラーアナライザー(株)日立製作所製]により最大吸収波長に於ける吸光度を測定し、別の検量線より染着量を求めることができる。また、未染色のものについては、後述するような方法で染着量を求めることができる。

【0020】原体自体が分散染料に可染であっても、本発明の繊維において該原体は分散染料に不溶性のセルロース分子により包囲され、分散染料分子が原体に直接接触できないような繊維になっているにもかかわらず、原体に分散染料が染着する理由は定かではないが、染色処理において有機溶剤系セルロース繊維が水分で膨潤し、セルロースの分子運動が活発になり、その配列がルーズになっているところへ分散染料分子が浸透し、その結果、染料分子が原体に染着するものと推測される。この現象は、有機溶剤系セルロース繊維を分散染料で染色しようという試みさえなかったことからすると驚くべき事実であり、また、分散染料で染色された繊維をさらに洗濯(水洗)して繊維が再膨潤し、染料が繊維から離脱しやすい環境下におかれても、原体に強く染着されたまま20で、洗濯堅牢度3級以上という優れた染色堅牢性を示すこともまさに予期せぬことであった。

【0021】本発明の有機溶剤系セルロース繊維は、分散染料によって染色可能であるが、ただ単に分散染料で染まるというだけでなく、染色後の洗濯に対する堅牢度が3級以上であることも含めて「分散染料に染色可能」な有機溶剤系セルロース繊維であるという。そして、本発明の有機溶剤系セルロース繊維は、下記の条件(以下、単に基準染色条件と略称することがある。)で染色処理を施したときに、好ましくは40%以上、特に好ましくは60%以上の染料染着率を示すような有機溶剤系セルロース繊維であることが望まれ、さらに望ましくは、ドライクリーニングに対する堅牢度が3級以上、昇華堅牢度が3級以上、カーボンアーク灯に対する耐光堅牢度が3級以上の染色堅牢度を兼ね備えているものである。

※S0: 染色前の染料溶液についてアセトン水溶液(アセトン/水=1/1容量比)により所定の希釈度で希釈調整した染料溶液について分光光度計[日立307型カラ

た最大吸収波長に於ける吸光度

S1 : 染色後の染料残液について、必要に応じてアセトン水溶液 (アセトン/水=1/1容量比) により所定の希釈度で希釈調整した染料溶液について分光光度計により測定した最大吸収波長に於ける吸光度

なお、希釈を行なう場合は、吸光度の最大値が0.6程度になるように希釈することが望ましい。また、染色前の染料溶液は希釈を行ない、染料残液は染料濃度が低いので希釈する必要がない場合があるが、この場合は、染色前の溶液についての希釈倍率を、残液についての吸光度に掛けた値で染着率を求める必要がある。

【0022】本発明において特徴的なことは、上記のように各種染色堅牢試験に対して極めて良好な堅牢性を示すことである。かかる染色堅牢性は、まさに通常のポリエステル繊維と同レベルの優れた染色堅牢性である。さらに付記すれば、本発明の繊維はこれら染色堅牢度のほかに、湿摩擦堅牢度が2級以上、特に3級以上を示すものである。

【0023】なお、本発明における上記各種染色堅牢度は、以下の方法によって求めたものである。

イ. 洗濯に対する堅牢度;

JIS L0844-1986 (A-2法)

(添付白布は綿、ナイロンを使用)

ロ. ドライクリーニングに対する堅牢度;

JIS L0860-1974

(添付白布は綿、ナイロンを使用)

ハ. 昇華堅牢度;

JIS L0850-1975 (B-2法)

(但し、ホットプレッシング温度は160℃で時間は60秒とし、添付白布はポリエステルを使用)

ニ. カーボンアーク灯に対する耐光堅牢度;

JIS L0842-1988

(露光方法は第3露光方法を採用)

ホ. 湿摩擦堅牢度;

JIS L0849-1971 (試験機はII形を使用)

【0024】次に本発明の有機溶剤系セルロース繊維の製造方法について述べる。原体が原液溶媒の有機溶剤に不溶の場合、繊維への原体微粒子の添加は、紡糸原液がノズルから紡出されるまでの任意の工程で行なうことができ、紡糸原液に対し原体を直接そのまま添加してもよいが、かかる方法によると微粒子が凝集しやすいので、予め微粒子の水性分散液を調整し、これを所定濃度となるよう紡糸原液に添加、混合したり、又は、そのような水性分散液を別途準備することなく、最初から所定濃度となるように微粒子が配合された紡糸原液を調整しておくことが好ましい。

【0025】微粒子濃度の異なる銘柄を多種製造する場合は、水性分散液を別途調整しておき、銘柄に合わせて

微粒子の水性分散液の調整は、分散液中で微粒子が凝集しないように慎重に行う必要があり、そのためには、微粒子濃度を10~50重量%、特に15~30重量%になるように水性分散液を調整することが好ましい。

【0026】また、分散液や紡糸原液中において微粒子を安定に分散させるために、分散助剤を使用することが好ましく、例えば、ポリオキシエチレンアルキルアミノエーテル等のノニオン系の分散助剤を微粒子に対して5~30重量%程度添加すると好ましい場合がある。

【0027】紡糸原液に対する原体微粒子の添加は、攪拌翼などの分散手段により微粒子を十分に分散・混合させ、脱泡・脱気した後に紡糸ノズルから凝固浴へ紡出し、所定の速度で引き取ることで本発明の有機溶剤系セルロース繊維を製造することができる。

【0028】特に、本発明においては、紡糸原液中原体微粒子を均一に分散させるために添加後に十分攪拌混合することが重要であるが、攪拌し過ぎた原液を使用して紡糸すると製糸性が低下するので好ましくない。また、紡糸にあたっては原液の脱泡が非常に重要であり、脱泡が十分に行われていないと安定した紡糸ができないので、16~30時間程度静置脱泡又は1~24時間程度真空脱泡された紡糸原液を使用することが好ましい。また2軸押出機を用い、充分な剪断を与えながら混練溶解することが好ましい場合もある。

【0029】次に、原体が原液溶媒の有機溶剤に可溶である場合の製造方法について述べる。セルロースと原体とを例えばN-MMOなどの有機溶剤に混合溶解する。原体は分散染料に親和性のある化学構造を有しており、セルロースとは完全には相溶せず、かつ原体の混合割合が少ないため、セルロースが海成分、原体が島成分を形成する海島型相分離溶液、すなわちセルロースをマトリックスとし原体が分散した溶液とすることができる。紡糸原液中での島成分の大きさに限定はないが最終繊維での島成分の大きさを0.01~3μmとする必要がある。原液中での島成分の大きさは、セルロースと原体、セルロースと有機溶剤、原体と有機溶剤の親和性のバランスにより主として決定され、各々の重合度、温度、攪拌条件の調整によって島成分の大きさを0.01~3μmに制御することができる。溶解装置としては通常の攪拌翼を有するベラ型溶解機や2軸押出機のような高剪断を与えうる溶解機を用いることができる。得られた原体分散セルロース紡糸原液は高粘度であり、脱泡放置しても安定な場合が多いが、紡糸原液の島成分のサイズが経時的に変化したり、原体、セルロース或いは有機溶剤が化学変化を起こして、不安定である場合には、セルロースと原体を各々別に溶解し、紡糸直前に混合分散し、紡糸してもよい。

【0030】このようにして得た紡糸原液は、エアギア

系凝固浴に乾湿式紡糸する。エアギャップ長が、0.5 cm未満であると紡糸性が不安定となり、10 cmを越えると単糸間膠着がみられるようになるので好ましくない。エアギャップ長が0.8~6 cmであるとより好ましく、1~3 cmであるとさらに好ましい。紡糸ドラフトは繊維の分子配向に影響を与えるため、繊維の強度、ヤング率(YM)には重要である。紡糸ドラフトが3倍未満であると有機溶剤系セルロース繊維の特長である強度、特に湿潤強度が不十分となり、30倍を紡糸性が不安定となるので好ましくない。紡糸ドラフトが5~20倍であるとより好ましく、8~15倍であるとさらに好ましい。凝固浴は、均質な凝固糸篠とするためには原液溶媒と同じ有機溶剤を10~60%含有しなければならぬ。有機溶剤が10%未満であると急激な凝固となり、均質な糸篠を得ることができず、60%を越えると十分な凝固が起らず、好ましくない。凝固浴中の有機溶剤の濃度が20~55%であるとより好ましく、30~50%であるとさらに好ましい。凝固糸篠は残存している有機溶媒を水で十分に抽出除去し、乾燥する。

【実施例】以下に本発明を実施例を用いてより具体的に説明するが、本発明はこれら実施例により限定されない。尚、本発明において、平均粒径、セルロース繊維1 gに対する分散染料の染着量、湿潤温度、微粒子含有量は下記の方法で求めた。

【0031】(1) 平均粒径；電子顕微鏡で5,000~20,000倍に拡大した繊維断面において観察される微粒子について、微粒子形状が真円又は略円の場合は直径を、非円形の場合はその長径を計り、一断面内に存在する微粒子径の平均値を取り、これを5か所以上の断面において行ないその平均値をとる。また、微粒子分散液の状態のものは、マイクロトラック粒度分布測定装置を用い、粒度分布を測定し、その最高ピーク点粒度(MV値)を平均粒径とする。

【0032】(2) 染着量；前述の染着率の測定方法に準拠し、染色前の染液の染料濃度をD(被染物1 gに対する染料重量(mg))として下記式で求められる。

$$\text{染着量 (mg/g)} = (S_0 - S_1) \times D / S_0$$

また、このとき用いる染液は単一染料の染液を使用することが望ましい。

【0033】(3) 湿潤強度；繊維サンプルを室温の水に2分間浸漬し、湿潤状態で、引張速度20 cm/24秒でセリメーターにて測定し、最終強力値を重量繊維で除して求める。

【0034】(4) 微粒子含有量(=対セルロース添加率)；あらかじめ秤量された有機溶剤系セルロース繊維サンプルを銅アンモニウム液で溶解し、溶解液をテフロン製メンブランフィルターまたは限外濾過膜で濾過し、原体を分離・乾燥して重量を求め、繊維重量当たりの含有率を求める。

重合度650で $\alpha$ -セルロースが97%の木材パルプを平均粒径1  $\mu$ mのポリエチレンテレフタレート微粉末を40℃真空乾燥機で十分乾燥し、N-MMOの1水和物とともに窒素置換下85℃で攪拌溶解し、セルロース/ポリエチレンテレフタレート=80/20、セルロース濃度12%のポリエチレンテレフタレート分散セルロース溶液を得た。この紡糸原液を0.12 mm $\times$ 50ホールの紡糸ノズルを通してエアギャップ長1.5 cmとし、N-MMO/水=35/65の凝固浴中に紡糸ドラフト10倍で乾湿式紡糸し、得られた凝固糸篠を水洗してN-MMOを除去し乾燥後巻取った。得られたセルロース繊維は、ポリエチレンテレフタレートの微粒子が1  $\mu$ mの径で分散しており、乾強度3.6 g/d、湿潤強度は2.3 g/dで、基準染色条件下での染着率は73%であった。

【0036】得られた繊維を小型筒編機にて編地となし、分散染料スミカロンブルーS-3RFを用い、浴比1:50、3%owf、130℃ $\times$ 60分染色を行ない、染色後、NaOH1 g/l、Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 1 g/l、アミラジン(第一工業製薬社製)1 g/lにて80℃ $\times$ 20分還元洗浄し、ついで30分水洗し、60℃ $\times$ 10分乾燥を行った。その結果、染着量22 mg/gとかなり濃色に染まっており、洗濯堅牢度(変退色)が5級、ドライクリーニング堅牢度(変退色)が5級、耐光堅牢度(変退色)が4級、昇華堅牢度(変退色)が4級、湿摩擦堅牢度も3~4級と良好であった。また、この繊維の分散染料染着率は73%であった。

#### 【0037】実施例2

重合度850で $\alpha$ -セルロースが98%の木材パルプとMMA-メタアクリル酸-スチレンの共重合体(共重合重量比80/10/10)とを40℃真空乾燥し、N-MMOの1水和物とともに窒素置換下85℃で攪拌溶解し、セルロース/N-MMA-メタアクリル酸-スチレン共重合体=72/28、セルロース濃度11%でのMMA-メタアクリル酸-スチレン共重合体が島成分、セルロースが海成分を形成した溶液を得た。この紡糸原液を0.10 mm $\times$ 100ホールの紡糸ノズルを通して、エアギャップ長2.0 cmとし、N-MMO/水=30/70の凝固浴中に紡糸ドラフト12倍で乾湿式紡糸し、水洗乾燥して巻取った。得られた繊維は、MMA-メタアクリル酸-スチレン共重合体が0.8  $\mu$ mの径で分散しており、乾強度3.1 g/d、湿潤強度1.8 g/dで基準染色条件下での染着率は82%であった。

【0038】得られた繊維を、実施例1と同様に編地とし、染色した結果、染着量は26.5 mg/gと濃色に染まっており、堅牢度も実施例1と同様であり良好であった。またこの繊維の分散染料染着率は88%であった。

#### 【0039】比較例1

11

を用いる実施例1と同様に紡糸したが、ノズル調子が不調で8時間紡糸後にノズル詰まりが発生し、正常な紡糸はできなかった。

【0040】比較例2

セルロース/MMA-メタアクリル酸-スチレン共重合

12

体の混合割合を99/1とする以外は実施例2と同様にして溶解、紡糸した。得られた繊維の基準染色条件下での染着量は5%と極めて低く、分散染料可染といえるものではなかった。